

(10) 日本国特許庁 (J P)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-288127

(P2001-288127A)

(43) 公開日 平成13年10月16日 (2001.10.16)

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>	識別記号	P I	ページ数 (参考)
C 0 7 C 17/16		C 0 7 C 17/16	4 H 0 0 6
B 0 1 J 31/02	1 0 2	B 0 1 J 31/02	1 0 2 X 4 H 0 0 9
C 0 7 C 19/01		C 0 7 C 19/01	
# C 0 7 B 61/00	3 0 0	C 0 7 B 61/00	3 0 0

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願2000-104514 (P2000-104514)

(22) 出願日 平成12年4月6日 (2000.4.6)

(71) 出願人 000090018

花王株式会社

東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

(71) 出願人 591282766

南海化学工業株式会社

大阪府大阪市西区南堀江1丁目12番19号

(72) 発明者 安倍 裕

和歌山県和歌山市湊1334 花王株式会社研

究所内

(74) 代理人 100063887

弁護士 古谷 馨 (外3名)

最終頁に続く

## (54) 【発明の名称】 塩化アルキルの製造法

(57) 【要約】

【課題】 高純度の塩化アルキルを高収率でかつ経済的に製造する方法の提供。

【解決手段】 アルコールと塩酸を反応させて塩化アルキルを製造する際に、反応促進剤としてアルキル基の炭素数に合わせたアルキルジメチルアミンを用い、ガス状の塩酸を反応系内に導入して反応させる。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 アルコールと塩酸を反応させて塩化アルキルを製造する際に、反応促進剤としてアルキル基の炭素数6～20のアルキルジメチルアミンを用い、ガス状の塩酸を反応系内に導入して反応させる塩化アルキルの製造法。

【請求項2】 反応促進剤を分溜により除去する請求項1記載の製造法。

【請求項3】 反応促進剤の添加量がアルコールに対して、0.05～0.5モル倍である請求項1又は2記載の製造法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は高純度の塩化アルキルを高収率でかつ経済的に製造する方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】 塩化アルキルの製造法として、特開平6-1729号に、アルコール及び塩化水素ガスを連続的に反応槽に導入し、生成する塩化アルキル、副生物、水及び過剰の塩化水素ガスを連続的に留留させる方法、特公平5-5793号に、触媒として塩化亜鉛を用いる方法、特公昭48-2855号に、触媒としてヒリジ、トリブチルアミン等のアミン類を用いる方法が開示されている。これらの方法は、連続的に反応液であるアルコール及び塩化水素ガスを供給し、且つ生成物を連続的に分離することを特徴としているが、アルキル鎖長の長い高沸点を有する塩化アルキルの製造には適さず、また反応副生成物量も多く認められている。

【0003】 また特公昭49-3446号には、使用する塩化水素ガス量を最小限にするために、少量のアミン類又はその塩酸塩を使用する方法が開示されているが、この方法は生産性を犠牲にしており、また生成物の分離に蒸留生成物を用いているため、装置設備への負荷も大きい。特公昭49-53289号及び特公昭49-28549号には、シクロヘキサン環を有する反応促進剤を用いる方法が開示されており、高沸点的な反応を実現しているが、これらの方法は多量の反応促進剤を用いたり、あるいは塩酸水溶液を用いているため、生産性が劣るといふ問題点がある。

【0004】 更に特開昭58-144328号には、アルコールと塩酸を加圧下で反応させる方法が開示されているが、加圧反応に要する設備が煩雑になることが予想されるため、経済的に問題がある。

【0005】 本発明の課題は上記のような問題点を解決し、高純度の塩化アルキルを高収率でかつ経済的に製造する方法を提供することにある。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】 本発明は、アルコールと塩酸を反応させて塩化アルキルを製造する際に、反応促進剤としてアルキル基の炭素数6～20のアルキルジメチルアミンを用い、ガス状の塩酸を反応系内に導入して反応させる塩化アルキルの製造法である。

## 【0007】

【発明の実施の形態】 本発明に用いられる原料アルコールとしては、炭素数6～24、特に8～24の飽和又は不飽和の直鎖又は分岐鎖アルコールが好ましい。

【0008】 本発明で反応促進剤として用いられるアルキルジメチルアミンは、高純度の塩化アルキルを得、かつ生産性を向上させるという観点から、アルキル基の炭素数は6～20であり、8～18が好ましい。この反応促進剤の添加量は、アルコールに対して、0.05～0.5モル倍が好ましく、0.01～0.3モル倍が更に好ましい。

【0009】 本発明の反応にはガス状の塩酸、即ち、塩酸水溶液を蒸留しガス状にしたものを導入し、過剰の塩酸は塩酸吸収塔を反応槽の後に設置し、塩酸水溶液として回収するのが好ましい。

【0010】 本発明の反応温度は120～180℃が好ましく、130～160℃が更に好ましい。反応圧力は常圧で行うことが好ましい。

【0011】 本発明の反応促進剤は反応終了後静置して分離するか、或いは水を添加後静置して分離することにより、アルキルジメチルアミン塩酸塩水溶液として回収し、そのまま次の反応に供することができる。またこの時の水は反応系外温中に系外に除去される。

## 【0012】

## 【実施例】 実施例1

精留塔をつけたガラス製の反応容器に、ドデシルアルコール1000g、及びジメチルオクチルアミン0.3モル倍（対原料アルコール）を仕込み、攪拌しながら130℃まで昇温した。その後、毎時0.4モル倍（対原料アルコール）の速度で、ガス状の塩酸を反応系内に導入した。アルコールの減少速度をガスクロマトグラフィーで分析し、未反応アルコール量が0.1%になったところで塩酸ガスの導入を止め反応を終了した。塩酸ガス導入開始後、反応終了までの時間を表1に示す。

【0013】 また、比較として、ジメチルオクチルアミンの代わりに表1に示す各種反応促進剤を、表1に示す量用い、同様に反応させた。その結果も表1に示した。

## 【0014】

## 【表1】

(3) 001=288127 (F2001-ch27)

	反応促進剤	添加量 (モル倍アルコール)	反応時間 (h)
本発明例	ジメチルオクチルアミン	0.2	6
比較例	ジメチルシクロヘキシルアミン	1.0	12
	ドデシルアルコール	0.3	43
	オクチルジメチルアミン・ヒメニウムクロライド	1.0	10
	トリアリルアミン	0.2	16
	ピリジン	0.3	13

【0015】表1の結果から、ジメチルオクチルアミンは、少量でも極めて効率的に反応を進行させることが判る。

【0016】実施例2

反応促進剤としてジメチルオクチルアミンを0.1モル倍（対原料アルコール）用い、反応温度を140℃とする以外は実施例1と同様の反応を行った。反応終了後、反応

促進剤を分留・水洗により除去し、塩化ドデシルを得た。また、比較として、ジメチルオクチルアミンの代わりに酸化亜鉛（1重量%対原料アルコール）を用いて同様に反応を行い、その後蒸留にて酸化亜鉛を分離し、塩化ドデシルを得た。これらの結果を表2に示す。

【0017】

【表2】

	反応促進剤	反応時間 (h)	製品組成(%)		
			塩化 ドデシル	副生物*	未反応 アルコール
本発明例	ジメチルオクチルアミン	9	99.0	<0.1	<0.1
比較例	酸化亜鉛	10	97.8	0.46	<0.1

【0018】\*: 副生物は2級塩化アルキル等  
表2の結果から、ジメチルオクチルアミンは、設備的に負荷の大きい蒸留工程を用いなくとも容易に分離ができ、また製品純度も極めて高いことが判る。

【0019】実施例3

表3に示す原料アルコール及び反応促進剤を用い、反応

温度を165℃、反応促進剤添加量を0.05モル倍とする以外は実施例1と同様の反応を行った。反応終了後、反応促進剤を分留・水洗により除去し、塩化アルキルを得た。これらの結果を表3に示す。

【0020】

【表3】

	原料アルコール	反応促進剤	反応時間 (h)	塩化アルキル収率 (%)
本発明例	ドデシルアルコール	ジメチルオクチルアミン	6	99.0
		ジメチルデシルアミン	8	98.5
		ジメチルドデシルアミン	9	98.5
		ジメチルオクタデシルアミン	11	98.8
	オクタデシルアルコール	ジメチルオクチルアミン	6	99.1

【0021】表3の結果から、本発明の反応促進剤は、効率的に反応を促進させることが判る。

【0022】実施例4

反応温度を180℃、反応促進剤の添加量を表4に示すように酸化させる以外は実施例1と同様の反応を行った。

反応終了後、反応促進剤を分留・水洗により除去し、塩化ドデシルを得た。これらの結果を表4に示す。

【0023】

【表4】

	反応促進剤	添加量 (モル倍アルコール)	反応時間 (h)	塩化ドデシル (%)	副生物 (%)	未反応 アルコール (%)
本発明例	ジメチルオクチルアミン	0.05	10	99.1	<0.1	<0.1
		0.02	7	98.0	<0.1	<0.1
		0.15	4	99.0	<0.1	<0.1

【0024】表4の結果から、本発明の反応促進剤は、

少ない添加量でも効率的に反応を促進させることが判る。

る。

【0025】実施例5

原料アルコールとしてヘキサデシルアルコール、反応促進剤として表5に示す本発明のアルキルジメチルアミン又は比較品を0.1モル倍（対原料アルコール）用い、反

応温度を145℃とする以外は実施例1と同様の反応を行った。これらの結果を表5に示す。

【0026】

【表5】

	反応促進剤	反応時間 (h)
本発明例	ジテトラメチルアミン	9
比較例	ドデシルアミン	20
	テトラメチルヘキサジメチルアミン	析出物あり
	ヘキサメチルジエチレンジアミン	析出物あり

【0027】表5の結果から、本発明の反応促進剤は、他のアミン化合物に比べて高性能を示すことが判る。

フロントページの続き

(72)発明者 谷口 秀樹

和歌山県和歌山市湊1384 花王株式会社研  
究所内

(72)発明者 音成 拓

和歌山県和歌山市小瀬賀1丁目1番38号  
南海化学工業株式会社内

Fターム(参考) 4B066 A02 A30 B451 B634  
4B039 C450 C030

# JP 2001-288127 A

(11) Publication number : 2001-288127 (51) Int. Cl. C07C 17/16  
(43) Date of publication of application : 16.10.2001 B01J 31/02  
C07C 19/01  
// C07B 51/00

(21) Application number : 2000-104514 (71) Applicant : KAO CORP  
(22) Date of filing : 06.04.2000 NANKAI KAGAKU KOGYO KK  
(72) Inventor : ABE YUTAKA  
TANIGUCHI HIDEKI  
OTONARI HIROSHI

## (54) METHOD FOR PRODUCING ALKYL HALIDE

### (57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for industrially producing a highly pure alkyl halide in a high yield.

SOLUTION: This method for producing the alkyl halide by a reaction of an alcohol with hydrochloric acid, is characterized by use of an alkyl dimethylamine (wherein the alkyl group has 6 to 20 carbon atoms) as a reaction accelerator and by introduction of gaseous hydrochloric acid into a reaction mixture.

### Disclaimer

This is a machine translation performed by NCIP1 (<http://www.ipdl.ncip1.go.jp>) and received and compiled with PatBot (<http://www.patbot.de>). PatBot can't make any guarantees that this translation is received and displayed completely!

### Notices from NCIP1

Copyright (C) JPO, NCIP1

The JPO and NCIP1 are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.